

**UNIVERSITE DE MONTPELLIER – MONTPELLIER II
UNIVERSITE DE MONTPELLIER I
ECOLE NATIONALE SUPERIEURE AGRONOMIQUE DE MONTPELLIER**

Ecole Doctorale Biologie des Systèmes Intégrés – Agronomie – Environnement

FORMATION DOCTORALE : SCIENCES DES ALIMENTS

DIPLOME D'ETUDE APPROFONDIES

**Détermination des propriétés de diffusion, de sorption et de perméation du
bois de peuplier traité à haute température en vue d'une utilisation comme
emballage alimentaire**

Par

Patrick ROUSSET

Ingénieur CNAM

Présenté le 27 septembre 1999 devant le jury de la Commission d'Examen

M. AUTRAN
Prof. CABANIS
Prof. CROUZET
Prof. MONNIER
Prof. MOULIN
Prof. NAVARRO

Travail réalisé sous la direction de : Pr. GUILBERT

RESUME

Détermination des propriétés de diffusion, de sorption et de perméation du bois de peuplier traité à haute température en vue d'une utilisation comme emballage alimentaire

L'utilisation du peuplier torréfié en tant qu'emballage alimentaire constitue une solution séduisante, susceptible de contribuer à la fois à une meilleure valorisation de cette ressource et à limiter l'utilisation des matériaux de synthèse. Cette étude vise à déterminer les propriétés fonctionnelles du bois de peuplier traité à haute température (200°C) sous atmosphère inerte en vue d'une utilisation comme emballage alimentaire.

Les propriétés fonctionnelles du bois (diffusion, sorption et perméation à l'eau et aux gaz) sont déterminées dans le but d'évaluer ses potentialités et de les comparer avec celles d'autres matériaux synthétiques ou naturels usuels.

L'isotherme d'adsorption du bois torréfié est significativement en dessous de celle du bois natif. Ce comportement peut être attribué à la dégradation thermique des hémicelluloses, composé responsable du caractère très hydrophile du bois. Le bois de peuplier natif et torréfié reste très perméable à la vapeur d'eau avec respectivement pour le bois natif et le bois torréfié (en 10^{-12} mol.m.m⁻².s⁻¹.Pa⁻¹) 83,6 et 69,5. Les perméabilités aux gaz des échantillons de peuplier natif et torréfié sont significativement supérieures à celles déterminées pour l'ensemble des films d'emballage y compris ceux fabriqués à partir de dérivés cellulosiques. Malgré le traitement thermique, le bois de peuplier reste très peu sélectif aux gaz.

D'après les résultats expérimentaux obtenus lors de cette étude, le bois de peuplier torréfié aurait tendance à se comporter comme un matériau micro poreux et sera plutôt préconisé pour des conservations de courte durée des fruits et légumes.

SOMMAIRE

RESUME.....	2
I - INTRODUCTION.....	1
II – ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	2
1 – GÉNÉRALITÉ SUR LE BOIS.....	2
2 – POROSITÉ DU BOIS.....	4
3 – LA TORRÉFACTION DU BOIS.....	4
4 - COMPORTEMENT EN SORPTION DU BOIS.....	5
5 – PROPRIÉTÉS BARRIÈRES	5
5.1 – <i>Propriétés barrières à la vapeur d'eau et aux gaz.....</i>	5
5.2 – <i>Perméation à l'air dans le domaine hygroscopique du bois.</i>	8
III – MATERIELS ET METHODES.....	9
1 – LA MATIÈRE PREMIÈRE.....	9
2 – DÉTERMINATION DES COURBES DE SORPTION DU BOIS.....	10
3 – PROPRIÉTÉS BARRIÈRES.....	10
3.1 – <i>Propriétés barrières à la vapeur d'eau.....</i>	10
3.2 – <i>Propriétés barrières aux gaz : O₂, CO₂, C₂H₄</i>	12
3.3 – <i>Propriété barrière à l'air.....</i>	13
IV - RESULTATS ET DISCUSSION.....	14
I – COMPORTEMENT EN SORPTION À LA VAPEUR D'EAU DU BOIS DE PEUPLIER.....	14
2 – PROPRIÉTÉS BARRIÈRES.....	16
2.1 – <i>Propriétés barrières à la vapeur d'eau.....</i>	16
2.2 – <i>propriétés barrières aux gaz : O₂, CO₂, C₂H₄.....</i>	21
2.3 – <i>Propriété barrière à l'air.....</i>	23
CONCLUSION.....	24
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	26

I - INTRODUCTION

Les techniques ont fortement évolué sur le plan des matériaux de conditionnement vrac des fruits et légumes. Si aucun des principaux matériaux d'emballage n'a échappé à cette évolution, ces changements ont surtout concerné l'emballage plastique (emballage réutilisable) au détriment de l'emballage bois léger (emballage perdu). Les répartitions du chiffre d'affaire de différents types d'emballage et la production des emballages bois légers (hors mi palettes) sont données dans la figure 1.

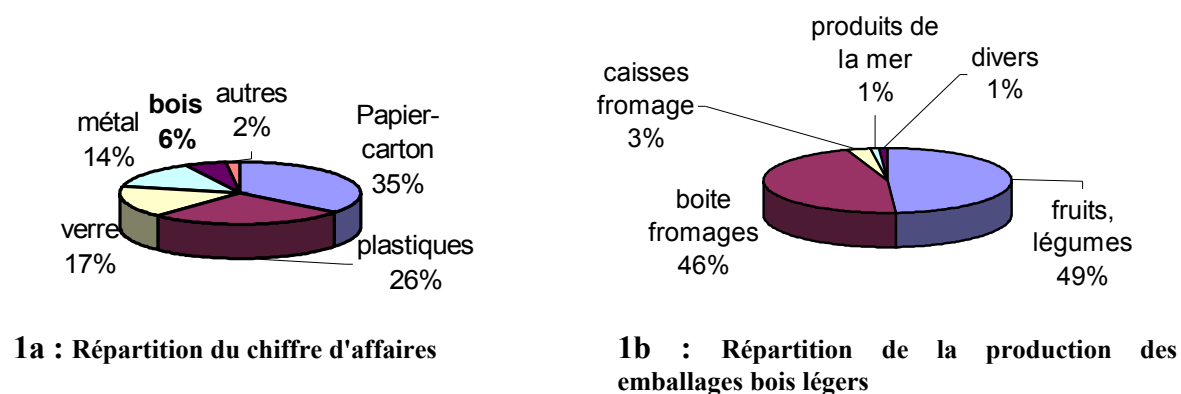


Figure 1a et 1b : Répartition du chiffre d'affaire des emballages et de la production des emballages bois légers (source : SESSI, 1996).

Il est intéressant d'observer dans quels secteurs sont principalement utilisés ces matériaux. En particulier, le verre (90%), le métal (78%) et le plastique (65%) trouvent leurs applications majoritairement dans le secteur alimentaire. Les papiers (52%) et le bois (40%) sont utilisés dans bien d'autres secteurs, toutefois leur utilisation dans le secteur alimentaire est importante (source CLIFE 1995). Depuis l'utilisation de diverses matières plastiques en emballage alimentaire, le secteur de l'emballage bois léger a besoin d'innover dans la conception et la réalisation de nouveaux produits afin de limiter l'utilisation des matériaux plastiques.

C'est en pleine crise pétrolière, dans les années 1976-1977, que débutèrent les travaux de recherche sur la pyrolyse du bois (décomposition thermochimique du bois en l'absence d'oxygène) pour développer des énergies renouvelables. Dans les années 90, les réactions entrant dans la pyrolyse du bois furent étudiées pour arriver à la conclusion que le bois traité à hautes températures (comprises entre 200 et 240°C) peut être valorisé autrement que par la voie énergétique, notamment comme matériau à part entière. De nouvelles propriétés performantes du bois ont été mises en évidence (principalement la réduction du caractère hydrophile du bois) pouvant offrir des perspectives de développement de nouveaux produits notamment dans le secteur de l'emballage bois.

C'est dans ce contexte et en collaboration avec le Syndicat Interprofessionnel des Emballages bois Légers (S.I.E.L) qu'une étude sur du bois de peuplier traité par pyrolyse ménagée (appelée aussi torréfaction) a été engagée. Elle vise à déterminer les propriétés fonctionnelles du bois de peuplier natif (non traité par la chaleur) et du bois de peuplier torréfié. Les propriétés caractérisées seront celles habituellement déterminées lors de l'évaluation des potentialités d'un emballage, c'est à dire les propriétés de perméabilité et de diffusion aux gaz et à la vapeur d'eau.

II – étude bibliographique

1 – Généralité sur le bois

Le bois est un ensemble de tissus de consistance plus ou moins dure formant la masse principale du tronc des arbres. C'est un matériau qui présente des tissus hétérogènes et organisés. La figure 2 illustre d'une manière simple le bois à différents niveaux d'observation: les tissus, la cellule et la paroi cellulaire.

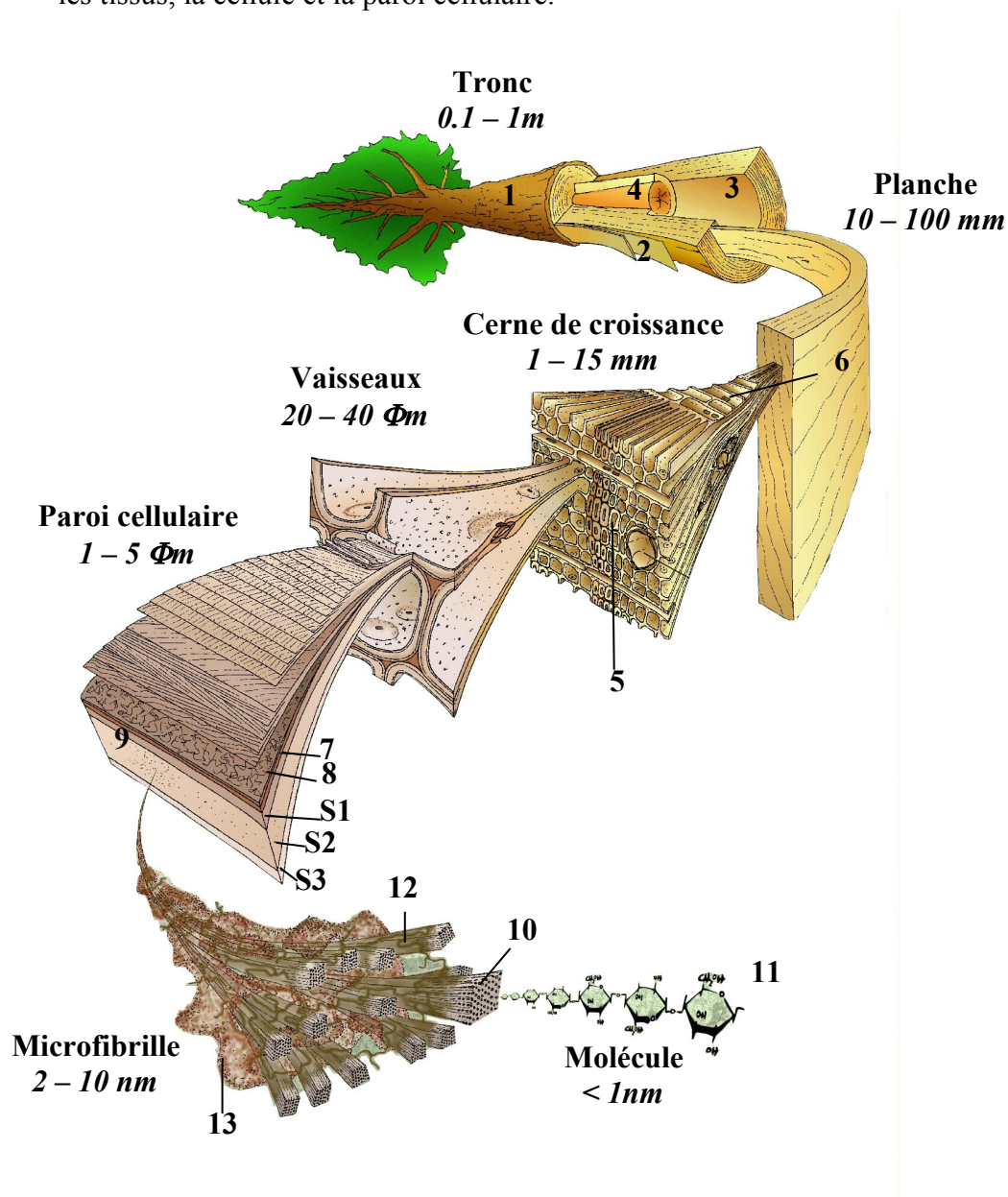


Figure 2: Structure macroscopique et microscopique du bois (source : Warrington, 1996)

La majorité des éléments présents dans un **tronc d'arbre (1)** sont morts. Cependant il existe une fine couche de cellules vivantes, assurant la division cellulaire, située entre le bois et le liber (ou écorce interne) appelée le **cambium (2)**. L'**aubier (3)** est constitué de cellules reliées entres-elles par les perforations (ouverture à chaque extrémité) et formant les **vaisseaux (5)**. La circulation de la sève brute s'effectue verticalement par les vaisseaux mais aussi dans une

moindre mesure, horizontalement par les ponctuations. Lorsque les vaisseaux ne sont plus fonctionnels, on obtient alors le **bois de cœur (4)**. Les **rayons (6)**, lames de cellules parenchymateuses, outre leur rôle de conduction dans le sens horizontal, assurent également le stockage et la distribution de substances de réserve. Lors de la genèse des cellules par division, une couche mitoyenne de nature pectique se forme, puis les cellules sécrètent une **paroi primaire (8)** de cellulose de part et d'autre de cette couche mitoyenne. L'ensemble formé par les deux parois primaires et la couche mitoyenne est appelé **lamelle moyenne (7)** (Détienne, 1988). Par la suite, au cours de la différenciation de la cellule, apparaît la **paroi secondaire (9)**, mince, épaisse ou très épaisse, composée de trois couches successives : les couches **S1, S2 et S3**. Ces différentes couches, composées de **microfibrilles (10)** de **cellulose (11)** associée à des **hémicelluloses(12)** et de la lignine composent la **matrice amorphe (15)**. Les couches **S1 et S3** assurent la résistance à la compression alors que la résistance à la tension est assurée par la couche S2.

D'un point de vue chimique, le bois est essentiellement constitué de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine. La cellulose est le composé majeur du bois. Elle est caractérisée par un polymère linéaire (PM : 15000 à 2000) formé de exclusivement de β -D-glucose. Comme l'illustre la figure 3, chaque motif glucose est tourné de 180° par rapport au voisin (Champetier-Monnerie, 1969) et des liaisons hydrogènes intra-moléculaires sont ainsi favorisées. Cette configuration confère à la cellulose une linéarité et une rigidité exceptionnelle.

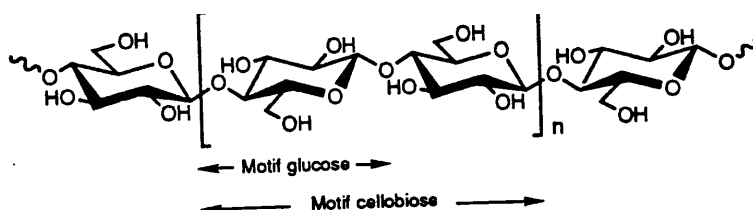


Figure 3: Représentation schématique de la molécule de cellulose (source : Barnoud, 1980).

Les hémicelluloses sont des polysaccharides plus complexes que la cellulose. Ce sont des polymères ramifiés. Elles sont chimiquement hétérogènes, et les oses constitutifs sont le xylose, l'arabinose, le mannose, le galactose, ou des combinaisons de sucres (figure 4). Elles ont un rôle très important dans le comportement hygroscopique du bois.

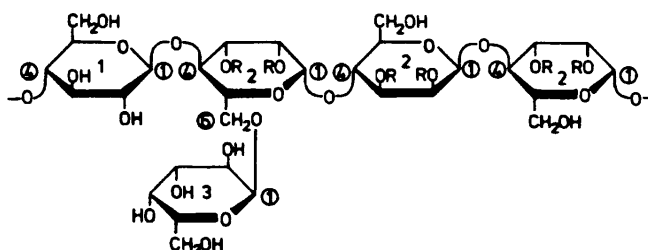


Figure 4 : Exemple de structure d'hémicelluloses : galactaglucomannanes (source : Haluk, 1994).

La lignine, composé peu affecté par la torréfaction, issu de la copolymérisation de 3 alcools phenyl-propénoïques, est le troisième constituant majeur des végétaux. Elles assurent le colmatage des espaces interfibrillaires et elles donnent au bois sa rigidité et sa résistance à la compression.

2 – Porosité du bois

Le bois est un matériau poreux. La porosité (paramètre adimensionnel) correspond à la fraction de vide du milieu ou des pores de l'échantillon de bois par rapport à son volume total (Silvy *et al.*, 1994) :

$$\text{Porosité} = \frac{\text{volume des vides}}{\text{volume apparent du corps creux}} \times 100$$

La porosité peut s'exprimer en fonction de plusieurs paramètres. Trendelenburg (1955) utilise des éléments et paramètres comme le volume du bois anhydre, la masse volumique de la matière ligneuse, le volume du bois saturé, l'infradensité, et le retrait total du bois. Perre (1987) exprime la porosité par rapport à la masse volumique anhydre et la masse volumique des parois (cellulose, hémicelluloses et lignine) qui ne dépend pratiquement pas de l'essence. Il trouve ainsi une valeur de 0.66 pour le bois. Malgré cette porosité très élevée, le bois, de part son architecture, est beaucoup moins perméable que d'autres corps poreux (brique, sable, billes de verre).

3 – La torréfaction du bois

La pyrolyse ménagée ou torréfaction correspond à une dégradation chimique du matériau bois sous l'action de la chaleur en atmosphère inerte ou réductrice (Avat, 1993). La figure 5 donne les plages de température correspondant aux différents traitements thermiques du bois.

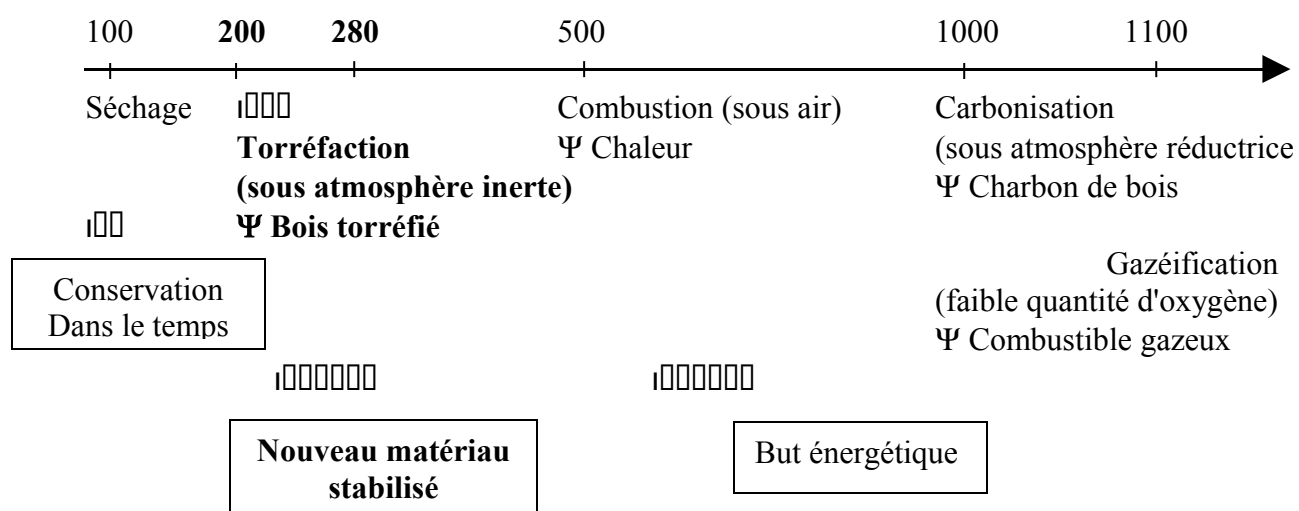


Figure 5 : Echelle des températures des différents traitements thermiques du bois (Avat, 1993).

Les trois principaux polymères du composite bois : hémicelluloses, lignines et cellulose, subissent des modifications physiques et chimiques avec départ de produits volatils ou réarrangements. Ces transformations confèrent au bois de nouvelles propriétés. La première et certainement la plus importante est la diminution de l'hygroscopicité du bois, lui conférant une meilleure stabilité dimensionnelle. La destruction des hémicelluloses semble être la principale cause de cette baisse du caractère hydrophile. Les micro-organismes ne peuvent plus se développer en raison de l'abaissement consécutif de l'activité de l'eau (notée a_w), (Neya,

1993). D'autres conséquences du traitement thermique sont la diminution des propriétés mécaniques du bois et sa forte coloration en fonction de l'intensité du traitement.

4 - Comportement en sorption du bois

La littérature a souvent rapproché et interprété les isothermes de sorption du bois avec celles de la cellulose, cellulose et bois se comportant de façon très similaire. Mais on a porté peu d'attention aux propriétés de sorption et aux possibles interactions des autres constituants à savoir les hémicelluloses, les lignines et les composés extractible alors qu'il constituent la moitié du poids du bois (Christensen et Kelsey, 1959). La capacité de sorption d'eau du bois est généralement plus grande que celle de la cellulose qui en dérive après avoir été extraite (Stamm, 1952). Les teneurs en holocellulose (cellulose et hémicelluloses) ont un effet positif sur la teneur en eau à l'opposé des composés extractibles (Wang et Cho, 1993). Les courbes de sorption, bien que souvent associée au concept d'équilibre, présentent un hystérésis assez marqué dans les cycles de sorption-désorption, la désorption du bois vert n'étant jamais reproductible (Perre, 1987).

De nombreuses théories ont essayé de donner une explication thermodynamique à ces courbes. La plus simple est celle de Langmuir ; modèle à une couche adsorbée à la surface solide et la plus connue celle de Brunauer, Emmett et tellet (B.E.T.), modèle multicouche donnant de bonnes corrélations avec les courbes expérimentales pour des humidités assez faibles. Signalons l'existence du modèle de DENT (1977), autre modèle multicouche qui a été utilisé pour sa bonne adéquation avec le bois. Parallèlement sur les produits alimentaires a été développé un modèle similaire par Guggenheim, Anderson et De Boer (G.A.B) qui s'adapte également au comportement du bois (Themelin, 1997). L'expression de la teneur en eau d'un produit à l'équilibre thermodynamique en fonction de son activité de l'eau est une relation du type :

$$X = X_m \frac{Cka_w}{(1 - ka_w)(1 - ka_w + Cka_w)} \quad (\text{eq 1})$$

avec :

- $X =$ teneur en eau à l'équilibre thermodynamique du produit (g eau / 100 g m.s.)
- $X_m =$ teneur en eau correspondante à l'occupation de tous les sites de sorption du produit par une couche monomoléculaire d'eau (g eau / 100 g m.s.)
- $C =$ coefficient appelé constante de Guggenheim. Du point de vue thermodynamique, cette constante a un sens purement enthalpique. Sur le plan « graphique » elle règle le caractère sigmoïdal plus ou moins marqué de l'isotherme.
- $k =$ facteur correctif relatif aux propriétés de sorption de la multicouche d'eau sur la monocouche d'eau déjà adsorbée sur le produit, avec en général $k < 1$. Noter que quand $K=1$, le modèle G.A.B s'identifie avec le modèle B.E.T.

5 – Propriétés barrières

5.1 – Propriétés barrières à la vapeur d'eau et aux gaz

Les propriétés de transfert de matière sont décrites par trois paramètres : la diffusion, la solubilité et la perméabilité. **La diffusion** décrit le mouvement des molécules perméantes à travers un polymère, et représente une propriété cinétique du système polymère-perméat (Rogers, 1985 cité par Mujica, 1998). **La solubilité** décrit la dissolution du perméat dans le polymère et représente une propriété thermodynamique du système polymère-perméat (Paine

et Paine, 1983). La perméabilité, qui incorpore les propriétés cinétiques et thermodynamiques du système polymère-perméat, fournit une propriété globale du transfert de matière.

Les phénomènes de diffusion dépendent des caractéristiques physiques du milieu (viscosité, teneur en eau), du pénétrant (taille, forme), et des conditions de température et de pression (Kumins, 1965, Schwartzberg, 1985 cités par Cuq, 1996). Le principe de la mesure du flux de la vapeur d'eau à travers le bois en régime permanent a pour objectif de déterminer le coefficient de transfert de la première loi phénoménologique de Fick:

$$q_m = -D \frac{dc}{de} \quad (\text{eq 2})$$

où q_m représente le flux de masse ou de perméat, D la diffusivité massique dans la direction de la mesure et dc/de le gradient de concentration à travers un différentiel d'épaisseur de . En accord avec cette loi (diffusion des fluides des zones de forte concentration vers les zones de faible concentration sans faire intervenir des gradients de pression) on trouvera dans la littérature différentes définitions de la diffusion en fonction de la porosité du matériau et des forces motrices utilisées (Mousavi, 1998).

A température constante et à l'équilibre, la loi de Henry (équation 3) permet d'exprimer la concentration du pénétrant (C) par le produit du coefficient de solubilité (S) et de la pression partielle (p).

$$C = Sp \quad (\text{eq 3})$$

Les équation 2 et 3 permettent d'écrire l'équation 4.

$$q_m = -DS \frac{(p_1 - p_2)}{de} \quad (\text{eq 4})$$

Où $(p_1 - p_2)$ est la différence de pression partielle du pénétrant. Le produit du coefficient de diffusion (D) avec le coefficient de solubilité (S) est appelé « coefficient de perméabilité » ou « perméabilité » noté P . A l'état stationnaire, il est possible de relier le flux de perméant (q_m) à la perméabilité (P) du matériau (équation 5).

$$P = q_m \frac{\partial e}{\partial p} \quad (\text{eq 5})$$

Il est alors nécessaire de reporter les conditions de pressions partielles, d'épaisseurs et de températures, en plus des valeurs de perméabilité (équation 6).

$$\text{Perméabilité} = \frac{\text{Quantité de perméat} \times \text{Epaisseur}}{\text{Surface} \times \text{Temps} \times \text{Difference de pression partielle}} \quad (\text{eq 6})$$

Les propriétés barrières à la vapeur d'eau des films d'emballage ou d'échantillon de bois sont généralement déterminées au moyen de méthodes gravimétriques à l'aide de cellules de perméabilité spécifique. Lors de cette étude, nous travailleront sur deux méthodes que nous comparerons. La détermination de la diffusion à la vapeur d'eau des échantillons de bois a été réalisée d'une part selon la méthode dite "des coupelles" utilisée par le Laboratoire de Physico-chimie et Génie Alimentaires de l'ENSAIA pour la caractérisation des **films**

d'emballage denses (ou de faible porosité) et homogènes et d'autre part selon la méthode "PVC – CHA" développée par le laboratoire des produits forestiers de l'ENGREF pour l'étude des transferts de masse à travers les *matériaux très poreux* (le bois). Ces deux méthodes utilisent le même principe de cellules de perméabilité mais dans des conditions de température et de pression différentes (cf chapitre « Matériels et Méthodes »). L'expression de la diffusivité dans la méthode de calcul "PVC – CHA" prend en considération la résistance aux transferts d'eau occasionnée par les couches d'air due au milieu poreux. Cette diffusivité prend alors le nom de diffusivité réduite et est notée f . Ce facteur varie de 0 à 1 et donne ainsi la facilité d'interprétation du comportement du matériau vis-à-vis de la diffusion massique (pour un matériau imperméable $f = 0$, et pour une diffusion de vapeur d'eau dans l'air $f = 1$). Des travaux menés par Gennadios et al en 1994 sur des bioemballages ont montré que la couche d'air stagnant à la surface du film constituait une résistance significative aux transferts d'eau. L'équation (2) donne alors l'équation 7:

$$q_m = -f D_v \frac{d\rho_v}{d e}$$

(eq 7)

Avec : f : diffusivité réduite $\left[\frac{\text{coefficient de diffusion de la vapeur d'eau dans le bois}}{\text{coefficient de diffusion de la vapeur d'eau dans l'air}} \right]$

Δv (Kg/M3) : masse volumique de la vapeur d'eau

D_v (m2/s) : coefficient de diffusion de la vapeur d'eau dans l'air

La diffusivité réduite, valeur sans dimension notée f , est donnée à partir de l'équation 7 par :

$$f = \frac{Q}{D_v A} \times \frac{e}{(p_2 - p_1)} \times \frac{RT}{M_v}$$

(eq 8)

Q : flux massique mesuré (kg s⁻¹)

A : section de l'échantillon (m²)

M_v : masse molaire de la vapeur d'eau (kg mole⁻¹)

p_1 : Pression partielle de vapeur d'eau à une humidité relative de 40% dans l'enceinte climatique

p_2 : Pression partielle de vapeur d'eau à une humidité relative de 75% à l'intérieur du vaporimètre

T : Température (308°K)

R : constante des gaz parfaits

e : épaisseur de l'échantillon (m)

D_v : coefficient de diffusion de la vapeur d'eau dans l'air (m².s⁻¹)

Les propriétés barrières aux gaz sont déterminées à l'aide de cellules spécifiques de perméabilité. La technique utilisée pour déterminer la perméabilité différentielles des échantillons de bois à l'oxygène (O₂), au dioxyde de carbone (CO₂) et à l'éthylène (C₂H₄) consiste à mesurer la concentration des gaz traversant l'échantillon par chromatographie gazeuse. La **perméabilité différentielle** aux gaz, notée (**P**), en mol.m.m².s⁻¹.Pa⁻¹ est donnée par l'équation (9) :

$$P = \frac{\Delta Q.e}{\Delta t.A.(p_1 - p_2)} \quad (\text{eq 9})$$

avec :

- Q : débit de gaz (ml/min)
- e : épaisseur de l'échantillon (mm)
- t : durée de la traversée du gaz (sec)
- A : surface de l'échantillon en contact (m²)
- p₂-p₁ : différence de pression partielle des gaz (Pa)

Le coefficient de sélectivité entre deux gaz, le dioxyde de carbone et l'oxygène dans notre cas, est défini par le rapport des perméabilités respectives de ces deux gaz.

$$\text{Coefficient de sélectivité} = \frac{\text{perméabilité au dioxyde de carbone}}{\text{perméabilité à l'oxygène}}$$

5.2 – Perméation à l'air dans le domaine hygroscopique du bois.

La technique consiste à mesurer le débit d'air créé par une différence de pression entre les deux côtés de l'échantillon (Kelso et al., 1963 ; Choong et al., 1974 ; Bolton et Petty, 1978 ; Perré 1987 et 1998). D'après la loi de Darcy (équation 10), L'expression de la perméabilité à l'air doit prendre en considération l'effet de compression (équation 11).

$$k = \frac{Q e}{A \Delta P} \quad (\text{eq 10})$$

$$k = \frac{Q e P}{A \Delta P \cdot \bar{P}} \quad (\text{eq 11})$$

- avec: k = perméabilité (m³/m.s.Pa)
 Q = flux volumétrique (m³/s)
 e = épaisseur dans la direction du flux (m)
 P = pression à laquelle le flux est mesuré (Pa)
 $\Delta P = p_2 - p_1$: différence de pression (Pa)
 $\bar{P} = (p_1 + p_2)/2$: pression moyenne (Pa)

En introduisant la viscosité dynamique μ_g , la constante k obtenue ne dépend plus du gaz considéré. La viscosité dynamique de l'air humide varie peu entre 20°C et 80°C, elle est de 1.97.10⁻⁵ kg/ms (Kestin, Whitelaw, 1963). La nouvelle constante, K , propre au bois, est appelée **perméabilité intrinsèque ou spécifique à l'air** et s'exprime en m². Elle est définie à partir de l'équation 12 :

$$K = k\mu. \quad (\text{eq.12})$$

III – MATERIELS ET METHODES**1 – La matière première**

Sur recommandation du S.I.E.L., le choix de l'essence s'est porté sur le peuplier robusta (*Populus robusta*). L'hétérogénéité d'un arbre inter espèce et intra espèce laisse penser que seuls les échantillons situés dans un proche voisinage sur la même génératrice et contenant les mêmes accroissement annuels peuvent être identiques ou comparables (Janin, 1983).

Le tableau 1 donne le nombre et la taille des échantillons prélevés sur la grume de peuplier pour réaliser l'ensemble des tests.

Tableau 1 : Tableau d'échantillonnage.

Tests	Type d'échantillons	Nombre d'échantillons	Taille des échantillons en mm
Sorption à la vapeur d'eau	Placages	20 par point d'équilibre	10 × 20 × 1
Diffusion à la vapeur d'eau :			
- Méthode PVC - CHA	Rondelles*	15	Diamètre 70 × 10
- Méthode des coupelles	Rondelles	9	Diamètre 80 × 4
Perméabilité spécifique à l'air	Rondelles*	15	Diamètre 70 × 10
Perméabilité différentielle aux gaz	Rondelles*	15	Diamètre 70 × 10

* Echantillons issus d'une même série

Les placages sont réalisées à partir de sections tronçonnées en rondelles d'épaisseur 10 cm. Selon la durée de stockage (quelques heures ou quelques jours), elles sont conservées à l'état frais dans l'eau à température ambiante. Chaque rondelle est déroulée à l'état vert et à température ambiante sur une mini dérouleuse (au Laboratoire de Mécanique et de Génie Civil de l'Université de Montpellier II) en placages de 1 mm d'épaisseur et 10 cm de largeur au centre desquelles sont extraites les "plaquettes-échantillons". Pour réaliser les courbes d'adsorption, les échantillons sont séchés sur P₂O₅. Afin de s'affranchir de la possible influence du bois de tension (bois très pelucheux) connu pour avoir une hygroscopie légèrement inférieure au bois normal, nous avons sélectionné les échantillons dans des zones hors "bois de tension".

Les rondelles de peuplier orientées dans le plan longitudinal / radial sont extraites de planches sciées et séchées artificiellement selon une table de séchage recommandée par le Centre Technique du Bois et de l'Ameublement (CTBA). Les échantillons ont été ensuite entreposés dans une chambre conditionnée à 60% d'humidité relative de l'air et 20°C. Ces échantillons ont une humidité voisine de 12 à 15% lors des essais. Chaque rondelle a été badigeonnée sur les faces latérales de résine époxy afin d'empêcher le passage de gaz dans le sens longitudinal, sens privilégié lors des transferts de masse (Perre, 1984).

2 – Détermination des courbes de sorption du bois

La méthode consiste à déterminer expérimentalement les teneurs en eau à l'équilibre du bois sur une gamme d'activités de l'eau comprises entre 0 et 1, pour une température de 25 °C. Chaque isotherme de sorption (désorption ou adsorption) est construite à partir de dix points d'équilibre déterminés par les pressions partielles de vapeur, ou plus couramment par les humidités relatives d'équilibre ou activités de l'eau (a_w) de dix solutions salines saturées, pour une température donnée.

Le banc de sorption est constitué d'un dispositif comprenant au total quatre bacs thermostatés (bains-marie à circulation d'eau, fermés et entièrement isolés), chaque bac accueillant un ensemble de cinq flacons de point d'équilibre déterminé. Le dispositif complet autorise ainsi la réalisation simultanée de 20 points d'équilibre soit la détermination en parallèle de deux isothermes, sur une gamme de température de 20 à 100°C et de 0 à 1 d' a_w (soit 0 à 100 % d'humidité relative). Les flacons sont disposés par série de cinq dans des bacs thermostatés avec une précision de $\pm 0,2$ °C en température.

Avant chaque série d'essais, on procède à un étalonnage préalable en réalisant une expérience d'adsorption à 25 °C de cellulose microcristalline (Avicel PH 101), produit de référence dont les teneurs en eau à l'équilibre ont été certifiées par un panel de dix laboratoires européens (Jowitt et Wagstaffe, 1989). La teneur en eau à l'équilibre des échantillons de bois est alors calculée et exprimée en gramme d'eau pour 100 grammes de matière anhydre ou en % base sèche. L'ajustement des modèles aux valeurs expérimentales de teneur en eau à l'équilibre est réalisé par régression non linéaire à l'aide de curvexpert, algorithme approprié aux estimations initiales des paramètres à déterminer.

3 – Propriétés barrières

3.1 – Propriétés barrières à la vapeur d'eau

Le système « PVC-CHA » comprend une enceinte climatique régulée en température et humidité relative, les cellules, une balance de pesée électronique et un thermo-hygromètre relié à un ordinateur pour le contrôle des conditions de mesure.

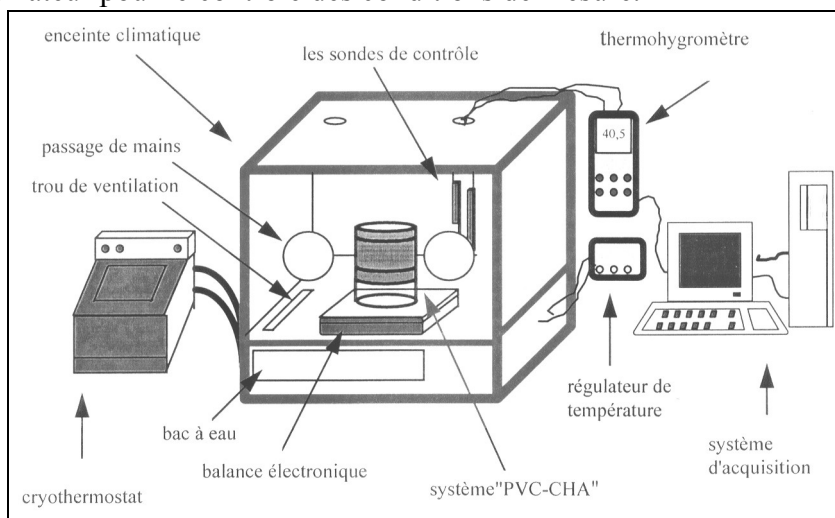


Figure 6 : Schéma du dispositif expérimental PVC-CHA de la mesure du flux massique dans le bois en régime permanent.

CONCLUSION

La cellule de perméabilité est composée d'un porte échantillon (fabriqué à partir de PVC et d'un morceau de chambre à air) et d'un cristalliseur. Le morceau de chambre à air (diamètre 70 mm, longueur 130mm) est placé à l'intérieur du PVC (diamètre 80mm, longueur 65mm). Les parties débordantes de la chambre à air sont repliées sur les contours du bord du PVC et attachées par des colliers. Un petit trou (diamètre 5mm) est percée latéralement sur le PVC afin d'assurer un vide d'air partiel.

Pour réaliser la mesure de flux de vapeur traversant l'échantillon de bois, celui-ci est placé au dessus du cristalliseur cylindrique contenant la solution saline saturée (NaCl donnant une activité de l'eau de 0.7484 à 25°C). La chambre à air, lorsque le vide partiel est rompu, saisit fortement l'ensemble «cristalliseur-échantillon ». Les vaporimètres sont placés dans l'enceinte déjà conditionnée (humidité relative 40%, température 308°K) et dans laquelle se trouve la balance électronique de pesée. Des pesées successives sont effectuées pendant plusieurs jours pour connaître la perte de poids du système. Les essais ont été réalisés sur 3 séries de 5 échantillons prélevées respectivement dans le cœur, le cœur/aubier et l'aubier de l'arbre.

La méthode dite des coupelles est une méthode gravimétrique normalisée (NF H 00-030) dont le principe consiste, comme la méthode PVC-CHA, à suivre au cours du temps la masse d'une cellule composée d'une chambre à 0% d'humidité relative (créée par du silica gel) et d'un échantillon, placée dans une enceinte thermorégulée à 38°C et d'humidité relative 90%. Cette méthode servant à déterminer les caractéristiques des films de faible épaisseur, nous avons dû tenir compte de cette contrainte dans la préparation de nos échantillons au risque de fissurer le bois et de modifier l'étanchéité du système. Après que les conditions d'équilibre soient atteintes (de 24 à 48 heures), les cellules sont pesées avec une sensibilité de 0.1 mg à 24 h d'intervalle sur une période de 5 à 10 jours. Les essais ont été réalisés sur 2 séries de 5 échantillons prélevées respectivement dans le cœur et l'aubier de l'arbre.

Le taux de transmission ($\text{mol.m.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$), la perméance ($\text{mol.m}^{-2}.\text{s}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$) et la perméabilité ($\text{mol.m.m}^{-2}.\text{s}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$) à la vapeur d'eau sont calculés à partir des équations 12, 13, 14.

$$\text{Taux de transmission à la vapeur d'eau} = \frac{we}{At} \quad (\text{eq 12})$$

$$\text{Perméance à la vapeur d'eau} = \frac{W}{At \cdot p_2 - p_1} \quad (\text{eq 13})$$

$$\text{Perméabilité à la vapeur d'eau} = \frac{w \cdot e}{A \cdot (p_2 - p_1) \cdot t} \quad (\text{eq 14})$$

Où A est la surface exposée de l'échantillon de bois (m^2), $(p_2 - p_1)$ la différence de pression partielle de vapeur d'eau de part et d'autre de l'échantillon de bois (Pa), t le temps (s), w le gain en eau de la cellule (mol) et e l'épaisseur de l'échantillon de bois (m).

En rapportant la variation de masse de l'ensemble à 24 heures et 1m^2 , on obtient le coefficient de transfert de la vapeur d'eau (CTVE). Les avantages de ces méthodes résident essentiellement dans sa simplicité d'utilisation, leur faible coût et le fait qu'il s'agisse de méthodes directes et normalisées.

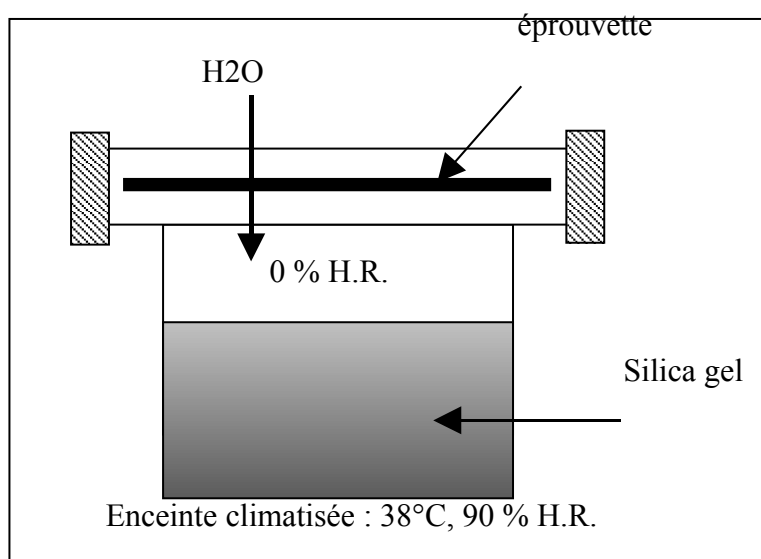


Figure 7: Schéma de principe de la méthode dite "des coupelles" pour la mesure de la perméabilité à la vapeur d'eau.

3.2 – Propriétés barrières aux gaz : O_2 , CO_2 , C_2H_4

Le système de perméation est représenté schématiquement dans la figure 8. Le principe de la méthode consiste à balayer la surface de l'échantillon de bois par le gaz à tester (CO_2 , O_2 ou C_2H_4) et de l'autre côté par le vecteur (He), tous deux étant à la pression atmosphérique (méthode isostatique). Afin de tester les mêmes échantillons ayant servi à déterminer la diffusivité à la vapeur d'eau (selon la méthode PVC-CHA), nous avons réalisé une "cellule de perméabilité" pouvant s'adapter sur le dispositif habituellement utilisé pour les films d'emballage. L'épaisseur des échantillons (12mm) nous a contraint à réaliser un montage basé sur le même principe que le vaporimètre PVC-CHA utilisant une chambre à air afin d'assurer

CONCLUSION

l'étanchéité de l'ensemble "échantillon – cellule" en dépit des variations dimensionnelles du bois. Des essais ont été réalisés sur des échantillons témoins en matériau inerte afin de contrôler l'étanchéité du système.

L'humidité relative des gaz peut être imposée par barbotage des flux gazeux dans des flacons contenant une solution saline saturée avant d'entrer dans la cellule de perméation. Des essais ont permis de valider cette technique. Dans notre cas, nous avons travaillé sur des échantillons de bois secs à l'air et par conséquent nous n'avons pas utilisé de barboteurs. Les mesures de débit et de concentration sont réalisées en régime stationnaire (équilibre des flux).

Les mesure de perméabilité différentielle ont été réalisées à 23°C. Les dosages de l'oxygène et du dioxyde de carbone ont été réalisés sur un chromatographe à gaz GC 8000 Top. Cet appareil est équipé d'une colonne à tamis moléculaire de 5 Å (longueur 2 m, diamètre 0.32mm) qui sépare l'O₂ et d'une colonne Porapak Q (longueur 2 m, diamètre 0.32 mm) qui sépare le CO₂. Ces deux gaz sont détectés à l'aide d'un détecteur à conductibilité thermique (catharomètre). Le dosage du C₂H₄ a été fait dans un chromatographe HP 5280 muni d'un détecteur à ionisation de flamme (FID) et d'une colonne capillaire GS-Q (30m; diam.interne 0.32mm; épaisseur 0.5mm). La surface des pics est intégrée par le logiciel Chrom-Card pour Window.

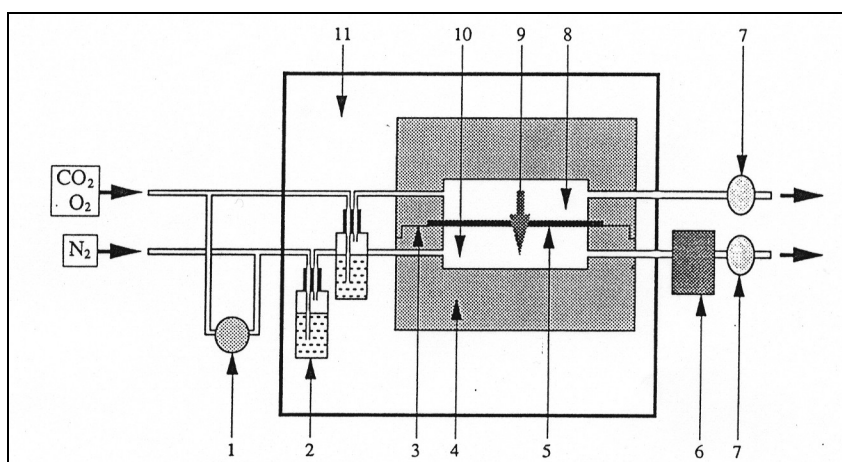


Figure 8 : Représentation schématique du système utilisé pour la détermination des perméabilités aux gaz (1- tube en U, 2- flacons laveurs, 3- joints hermétiques, 4- cellule de perméabilité, 5- échantillon, 6- analyseur de gaz, 7- débitmètre, 8- chambre supérieure, 9- flux de gaz, 10- chambre inférieure, 11- enceinte à température contrôlée).

3.3 – Propriété barrière à l'air

CONCLUSION

Le montage de l'installation est donné dans la figure 8. L'étanchéité de la cellule de perméabilité est assurée à l'aide d'une membrane en caoutchouc. Celle-ci est plaquée sur l'échantillon à l'aide d'une surpression. Comme pour la diffusion à la vapeur d'eau, la mise en place de l'échantillon est facilitée en créant un vide partiel entre le tube extérieur et la membrane. Cette technique améliorée par Perré est inspirée des travaux antérieurs, notamment ceux de Trosero et *al.* 1972. Le circuit de gaz est réalisé par un jeu de vannes et des raccords rapides permettant une mise en œuvre aisée. La différence de pression est imposée par un régulateur de pression et les flux mesurés sont lus sur un afficheur asservi par un débitmètre. La fidélité des mesures dépend essentiellement de la qualité de l'étanchéité latérale sachant que dans le sens longitudinal, la perméabilité à l'air peut être 100 fois plus importante que dans le sens radial.

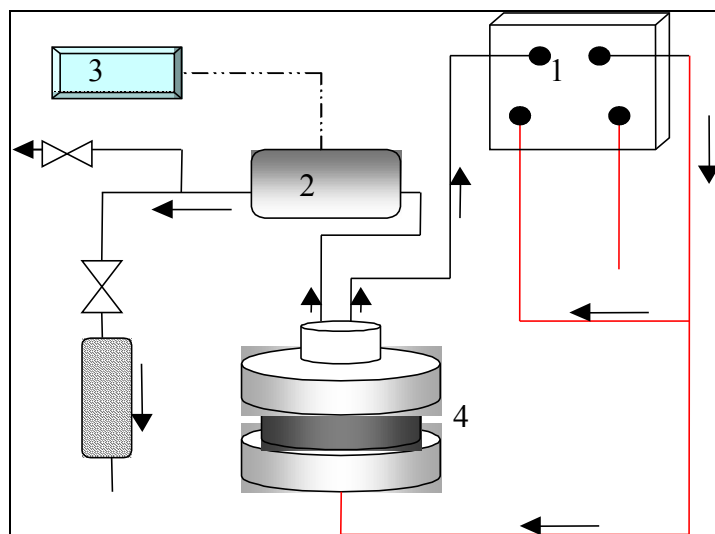


Figure 9 : Schéma du montage de mesure de la perméabilité spécifique à l'air d'échantillon de bois. (1-régulateur, 2-débitmètre, 3-afficheur, 4-cellule + échantillon)

IV - RESULTATS ET DISCUSSION

I – comportement en sorption à la vapeur d'eau du bois de peuplier

La figure 10 illustre l'influence du procédé de torréfaction sur le comportement en adsorption du bois de peuplier à 25 °C. Les courbes lissées représentent les valeurs calculées à partir des équations du modèle de Dent–GAB et les points représentent les valeurs moyennes mesurées.

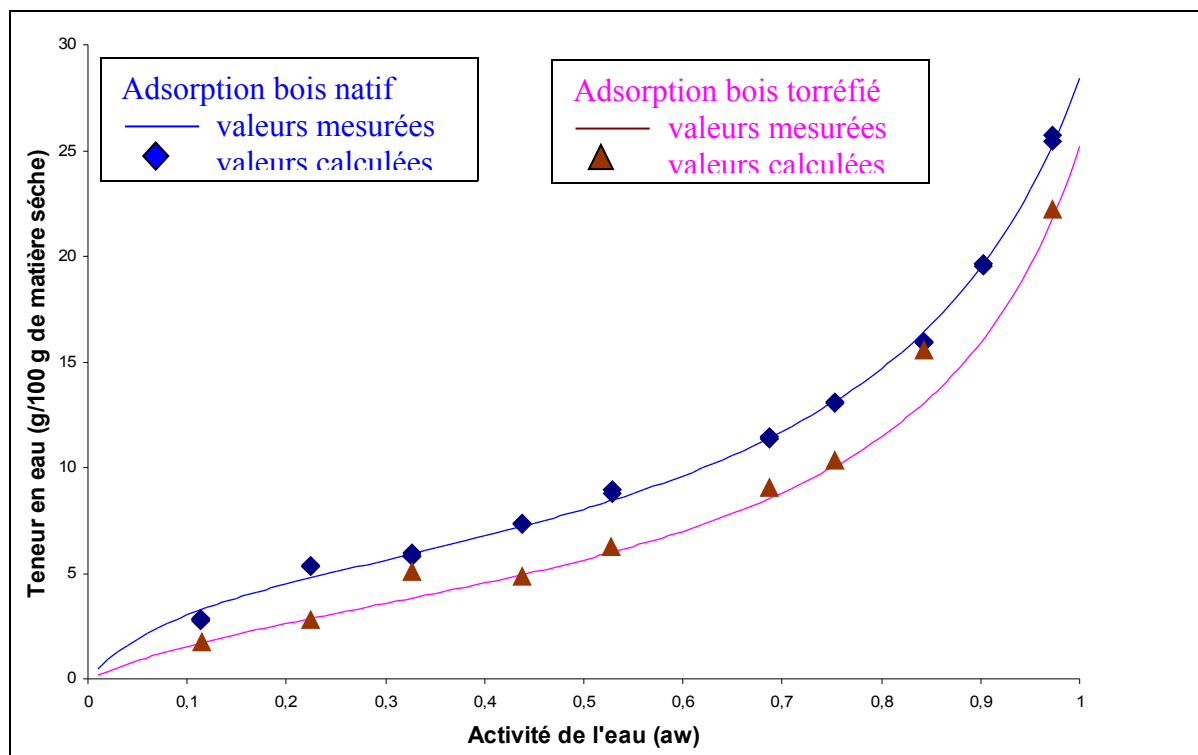


Figure 10 : isotherme de sorption à 25°C des bois natifs et torréfié de peuplier (*Populus robusta*)

L'isotherme d'adsorption du bois torréfié est significativement en dessous de celle du bois natif, avec une teneur en eau réduite de 2,1 à 3,2 g eau / 100 g m.s. respectivement entre 0,3 et 1 d' a_w . La torréfaction conduit à une diminution d'environ 25% de la valeur de X_m (teneur en eau de la couche monomoléculaire saturée, tableau 2) en adsorption. Cette diminution traduit une réduction significative de la surface spécifique d'échange ou encore du nombre de sites disponibles d'adsorption de la vapeur d'eau sur le matériau. Celle-ci peut être attribuée à la dégradation thermique des hémicelluloses qui est déjà bien amorcée dans les conditions opératoires retenues. Des essais menés sur de l'eucalyptus par Themelin (1998) à des températures plus élevées ont montré que la diminution de X_m peut atteindre 50% avec des phénomènes de condensation capillaire atténués, signe d'une dégradation plus importante des hémicelluloses et d'une partie de la cellulose).

Nous avons reporté dans le tableau 2 la valeur des paramètres déterminés à partir de l'équation de Dent – GAB pour différents films d'emballage. En comparaison, les films à base de méthycellulose, de gluten de blé et de zéine de maïs sont caractérisés par des teneurs en eau de la couche monomoléculaire plus importantes que celle du bois natif et torréfié.

Lorsque le bois est séché à environ 10% d'humidité (valeur classiquement rencontrée pour le bois d'œuvre), on pourrait s'attendre à obtenir une a_w pour le bois torréfié inférieure à celle du bois natif. Hors d'après les valeurs expérimentales représentées dans la figure 10, les valeurs de l' a_w sont respectivement pour le bois natif et torréfié de 0,65 et 0,8. Malgré ces conditions propices au développement des micro-organismes, des essais de durabilité menés sur du peuplier torréfié à des températures comprises entre 200 et 230°C ont montré une bonne stabilité du produit (Permadi et al, 1998).

CONCLUSION

Tableau 2 : Valeurs des paramètres de l'équation de Dent – GAB utilisée pour décrire les isothermes d'adsorption d'eau du bois et de différents films à base d'hydrocolloïdes.

échantillon	a_w	Temp.de sorption (°C)	X_m	K	C
Peuplier natif	0.11 – 0.98	25	5.32	0.82	12.22
Peuplier torréfié	0.11 – 0.98	25	4.01	0.84	5.81
Gluten de blé ⁽¹⁾	0.11 – 0.91	30	7.6	0.93	1.12
Gluten de soja ⁽²⁾	0.11 – 0.84	25	13.9	0.90	0.98
Zéine de maïs ⁽²⁾	0.11 – 0.84	25	12.4	0.89	0.35
Méthylcellulose ⁽³⁾	0.11 – 0.89	25	14.0	0.80	0.66

D'après Gontard et al., 1993 ⁽¹⁾ ; Gennadios et Weller, 1994 ⁽²⁾ ; Debeaufort et al., 1994 ⁽³⁾. Où a_w est la plage d'activité de l'eau pour les isothermes, T est la température, X_m la teneur en eau de la couche monomoléculaire (g eau / 100 g de matière sèche), C la constante de Guggenheim et K une constante correctrice traduisant les propriétés de l'eau adsorbée au delà de la couche monomoléculaire.

2 – Propriétés barrières

2.1 – Propriétés barrières à la vapeur d'eau

2.1.1 – Selon la méthode des coupelles

La perméabilité à la vapeur d'eau des bois de peuplier natif et torréfié est calculée à partir de la pente de la droite représentant le gain d'eau en fonction du temps (équation 6). Nous avons aussi calculé le taux de transmission à la vapeur d'eau ainsi que la perméance à la vapeur d'eau. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 3, ainsi que sur la figure 11.

On constate que dans le cas du peuplier (natif et torréfié), le gain de matière en fonction du temps est linéaire avec des pentes différentes entre le bois issu du cœur et l'aubier et entre le bois natif et torréfié. En fonction de la disponibilité de l'opérateur, les mesures ont été réalisées sur des durées différentes. Globalement, la torréfaction joue un rôle de frein au transfert d'eau puisque les échantillons traités thermiquement présentent une PVE inférieure aux témoins (tableau 3). La PVE est plus forte pour le bois de la périphérie (aubier) que pour le bois de cœur, ceci pour le bois natif et torréfié. La différence de composition chimique des parois cellulaires entre le cœur et l'aubier pourrait être à l'origine de cette variation. Le bois de cœur étant plus riche en composés moins sensibles à la chaleur (essentiellement lignine) que le bois d'aubier, le traitement thermique aura tendance à dégrader plus intensément l'aubier. Les rapports de la PVE du bois torréfié sur bois natif sont respectivement pour le bois de cœur et le bois d'aubier 0.77 et 0.89, chiffre confirmant la variabilité du traitement pour un même échantillon.

Tableau 3 : Perméabilité (en 10^{-12} mol.m.m⁻².s⁻¹.Pa⁻¹) à la vapeur d'eau (PVE) du bois de peuplier natif et torréfié prélevé dans le cœur et l'aubier ainsi que la perméance (PME en 10^{-8} mol.m⁻².s⁻¹.Pa⁻¹) et le taux de transmission à la vapeur d'eau (TT en 10^{-7} mol.m.m⁻².s⁻¹) et l'écart type entre parenthèses.

Bois de cœur	Bois d'aubier
--------------	---------------

CONCLUSION

	Natif	Torréfié	Natif	Torréfié
PVE	74.6 (0.2)	57.3 (0.3)	90.8 (0.9)	81.6 (0.5)
PME	18.62 (0.04)	14.31 (0.10)	22.75 (0.24)	20.41 (0.13)
TT	6.81 (0.16)	5.22 (0.33)	8.28 (0.88)	7.44 (0.48)

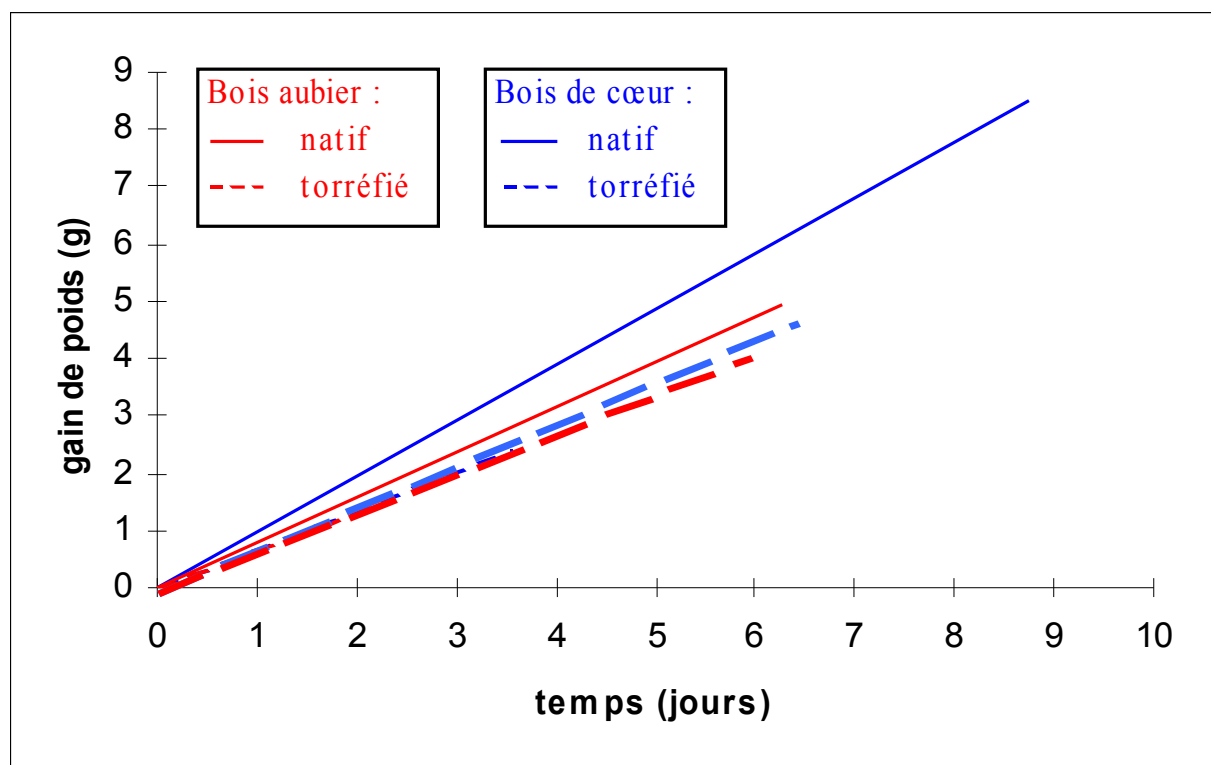


Figure 11 : Représentation graphique du gain de masse des cellules de perméabilité du bois de cœur et du bois d'aubier natifs et torréfiés en fonction du temps.

Le tableau 4 donne les perméabilités à la vapeur d'eau pour certains films (cités par Cuq, 1996) dans des conditions de température et d'humidité relative contrôlées. La figure 12 donne la représentation graphique de ces valeurs.

Tableau 4 : Perméabilité à la vapeur d'eau (en 10^{-12} mol.m.m⁻².s⁻¹.Pa⁻¹) du bois de peuplier robusta. Comparaison avec des films d'emballages classiques et biodégradables (Cuq, 1996).

CONCLUSION

Film / bois	Perméabilité à la vapeur d'eau	T (°C)	X (μm)	HR (%)
Amidon ⁽²⁾	142	38	1190	100-30
Peuplier natif	83.6	38	4000	97-00
Peuplier torréfié	69.5	38	4000	97-00
Gluten de blé ⁽⁴⁾	5.08	30	50	100-00
Protéines myofibrillaires	3.91	25	60	100-00
Hydroxypropylcellulose ⁽³⁾	2.89	30	75	11-00
Polyéthylène (bd/hd) ⁽¹⁾	0.0482 / 0.0122	38	25	97-00

D'après Myers *et al.*, 1961⁽¹⁾ ; Allen *et al.*, 1963 ⁽²⁾ (1) ; Park *et al.*, 1993 ⁽³⁾; Gontard *et al.*, 1994 ⁽⁴⁾ ; où T est la température, X l'épaisseur et HR les humidités relatives de part et d'autre du film.

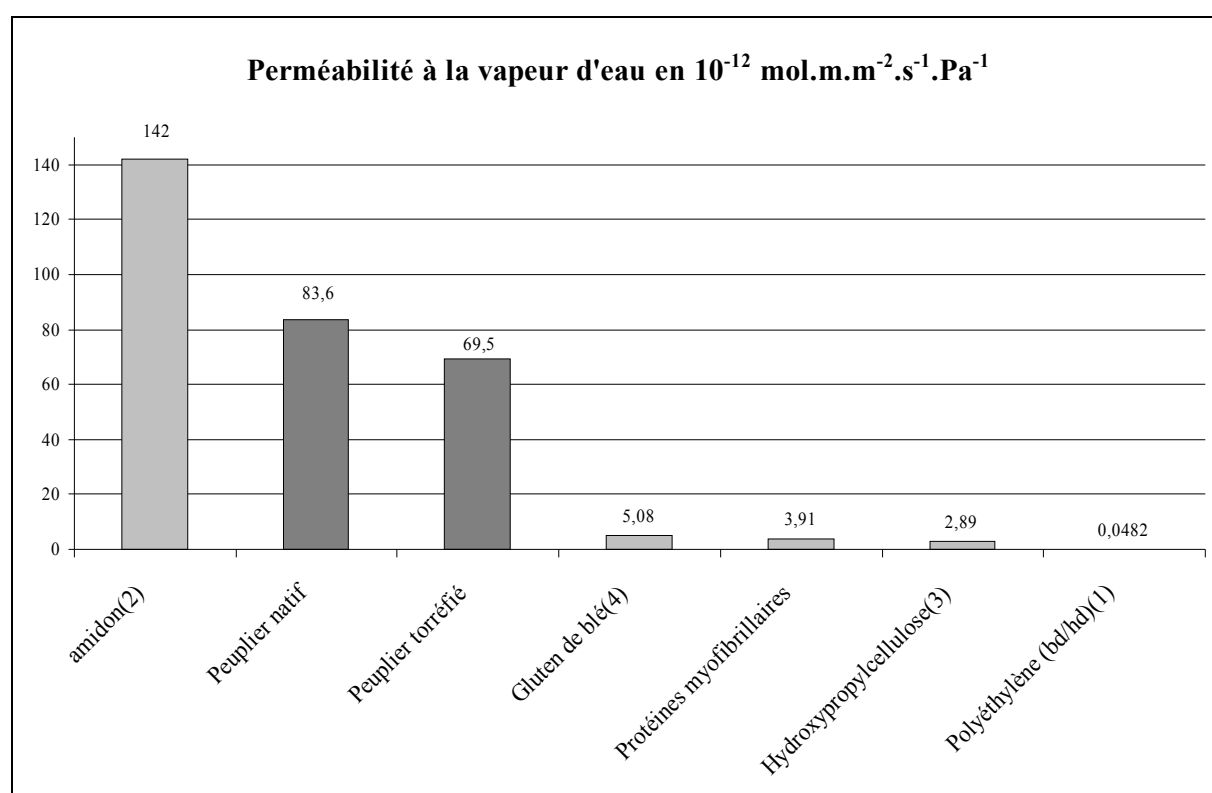


Figure 12 : Perméabilité à la vapeur d'eau (en $10^{-12} \text{ mol.m.m}^{-2}.\text{s}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$) du bois de peuplier robusta. Comparaison avec des films d'emballages classiques et biodégradables (Cuq, 1996). D'après Myers *et al.*, 1961⁽¹⁾ ; Allen *et al.*, 1963 ⁽²⁾ (1) ; Park *et al.*, 1993 ⁽³⁾; Gontard *et al.*, 1994 ⁽⁴⁾ .

La perméabilité à la vapeur d'eau du peuplier natif ou torréfié est environ 2 fois moins élevée qu'un film à base d'amidon (dérivé cellulosique) mais 1600 fois plus élevées que les valeurs classiquement associées aux matériaux synthétiques (films à base de polyéthylène haute et basse densité).

A partir des différentes courbes gain de poids par unité de temps (figure 11), nous avons calculé le coefficient de transfert de la vapeur d'eau (CTVE) et comparer ces résultats à ceux obtenus par Bizet-Sanchez (1997) sur des papiers d'emballages d'origine cellulosique. Ce

comparatif permet de donner un classement approximatif pour des éléments proches chimiquement (dérivés cellulosiques). Nous avons représenté les résultats dans la figure 13. Le coefficient de transfert de vapeur d'eau du papier non revêtu d'enduit (paraffine, hot-melt ou vernis) mesuré par la méthode des coupelles a donné une valeur de $3738 \text{ g.m}^{-2}.\text{j}^{-1}$, valeur 15 fois supérieure à celle du bois de peuplier. Quand au bois, il reste 3 à 6 fois plus perméable à la vapeur d'eau que les papiers enduits sachant que la torréfaction permet de diminuer le CTVE en moyenne de 25% toutes séries confondues.

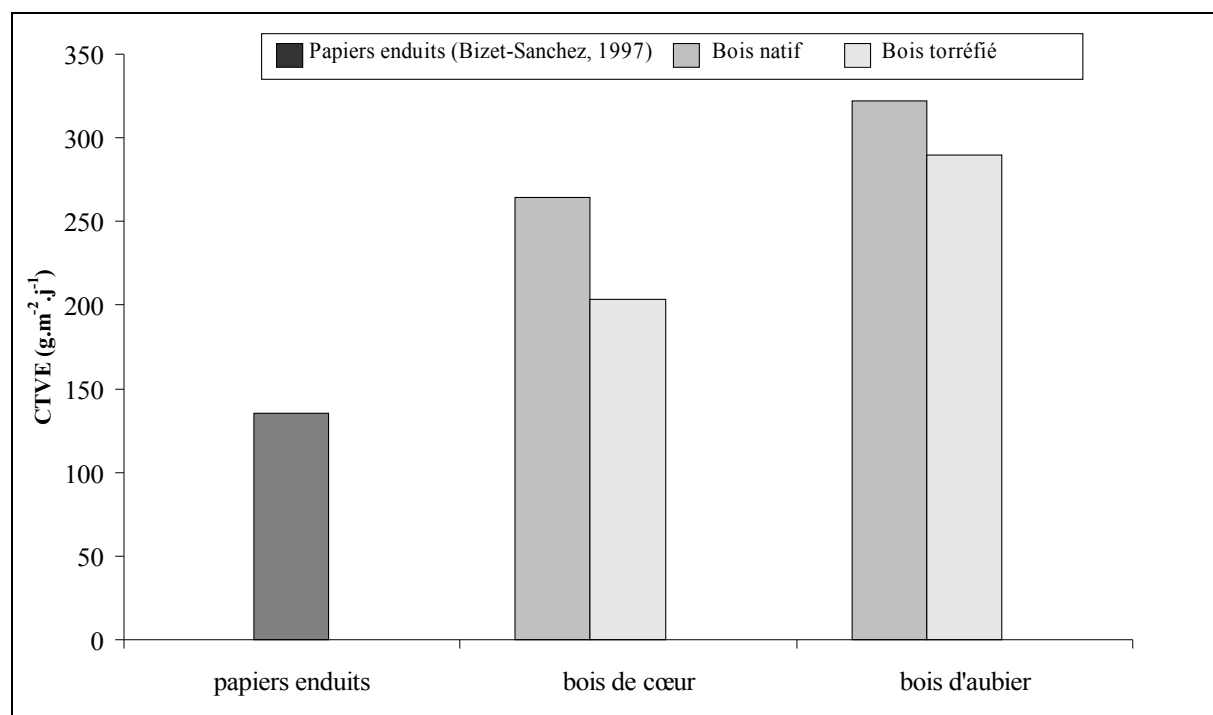


Figure 13 : Coefficients de Transfert de Vapeur d'Eau du bois de peuplier mesurés par la méthode statique (dite des coupelles) à 38°C – 90% H.R. Comparatif avec différents papiers d'emballage enduits (Bizet-Sanchez, 1997).

2.1.2 – Selon la méthode PVC - CHA

la figure 13 présente l'évolution de la perte de masse moyenne en fonction du temps sur les échantillons des trois séries. Cette figure fait ressortir 3 courbes linéaires de pentes distinctes. Le tableau 5 donne les diffusions réduites (f) mesurées dans le peuplier (cœur, cœur/aubier et aubier) et sur trois autres essences tempérées.

Tableau 5 : Diffusivité moyenne (notée f , en 10^{-3}) du peuplier natif (N) et torréfié (T). Comparatif avec quelques essences tempérées (Zohoun, 1998).

	Peuplier*						Hêtre**	Chêne**	Epicéa**
	cœur		aubier/coeur		aubier		Bois non différencié		
	N	T	N	T	N	T	Natif		
$f(10^{-3})$	13.4	9.51	9.8	8.12	9.7	8.23	21.5	7.6	13.1

*selon notre étude

** bibliographie

Contrairement aux observations précédentes, les échantillons issus de l'aubier semblent moins perméables à la vapeur d'eau que les échantillons prélevés dans le cœur de l'arbre. Cette observation met l'accent sur l'hétérogénéité du matériau bois et la forte variabilité intra individus ainsi que les conditions opératoires spécifiques à chaque méthode (humidité, température, dimension des échantillons).

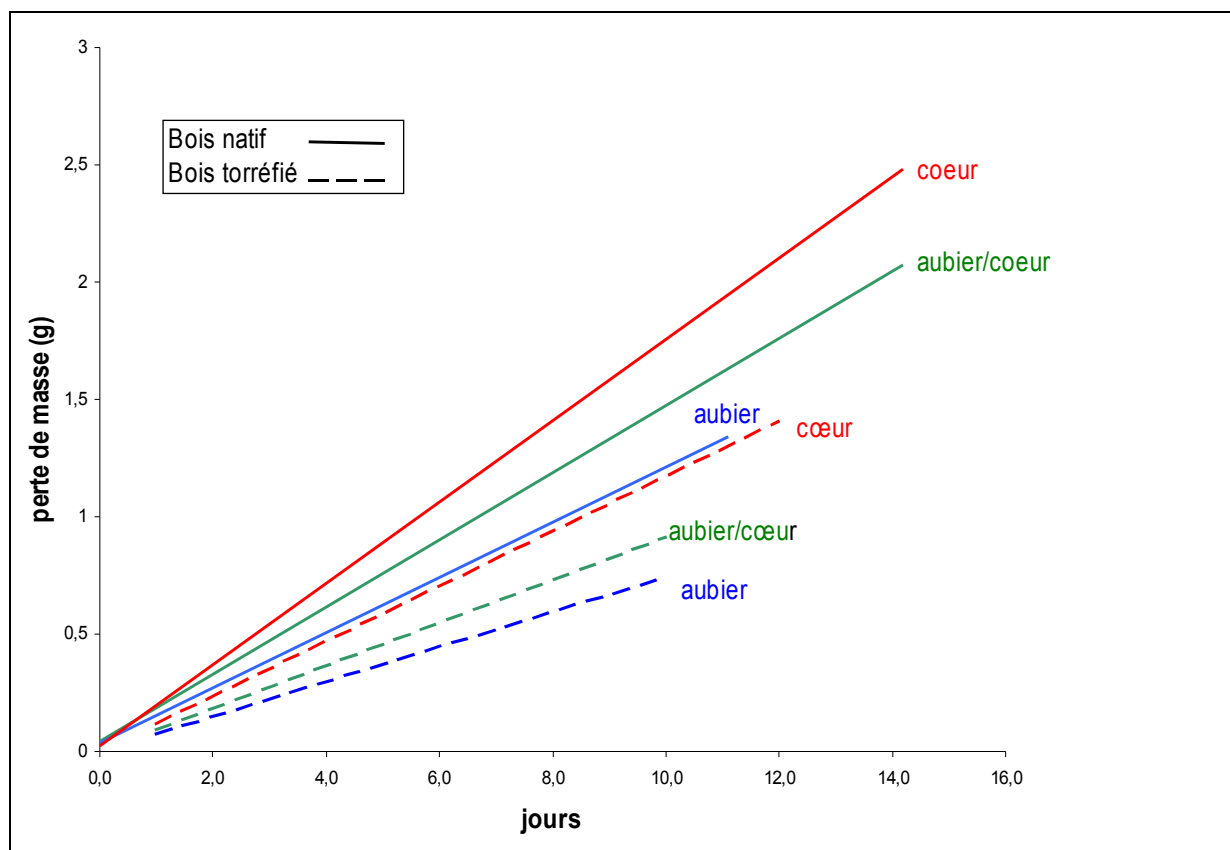


Figure 14 : Evolution des flux de vapeur d'eau moyen des échantillons de peuplier natifs et torréfiés selon la direction radiale en fonction de leur localisation dans la grume.

2.1.3 – comparaison des deux méthodes (coupelles / PVC-CHA)

Ces méthodes de calcul font appel aux mêmes lois phénoménologiques qui régissent les transferts de vapeur d'eau à travers un corps poreux. Le tableau 6 résume les flux de vapeur d'eau en Kg/s mesurés par les deux méthodes d'analyse. Dans le tableau 7, nous avons reporté la PVE déterminée par les deux méthodes selon l'expression de la formule utilisée pour la caractérisation des propriétés barrières à la vapeur d'eau des films d'emballage. La variabilité au niveau des flux mesurés entre les deux méthodes (tableau 6) s'explique par la différence des conditions opératoires (taille échantillon, humidité relative de part et d'autre de l'échantillon, température de l'enceinte climatique,...etc). Les perméabilités à la vapeur d'eau en mol m/m² s Pa restent relativement proches sachant que l'on a travaillé sur un matériau très hétérogène présentant une forte variabilité intra-individu (tableau 7).

CONCLUSION

Tableau 6 : Flux de vapeur d'eau en kg/s pour chaque série selon les deux méthodes d'analyses PVC-CHA et méthode dite "des coupelles".

Série	PVC – CHA (en 10^{-9} kg/s)			Coupelles (en 10^{-3} kg/s)	
	aubier	aubier/coeur	cœur	aubier	cœur
Bois natif	1.65	1.37	2.01	9.85	8.10
Bois torréfié	1.23	1.09	1.42	8.85	6.21

Tableau 7 : Calcul de la PVE (en 10^{-12} mol m.m⁻² s⁻¹ .Pa⁻¹) pour chaque série en fonction de la méthode (PVC-CHA et coupelles)

Méthode	PVC -CHA			coupelles	
Série	aubier	aubier/coeur	cœur	aubier	cœur
Bois natif	42.3	42.6	58.6	95.3	74.6
Bois torréfié	35.9	31.8	41.3	81.6	57.3

2.2 – propriétés barrières aux gaz : O₂, CO₂, C₂H₄

Les propriétés barrières à l'oxygène, au dioxyde de carbone et à l'éthylène du peuplier natif et torréfié sont comparées à celles de différents films d'emballage (tableau 8). A 0% d'humidité, les échantillons de bois de peuplier natifs et torréfiés sont caractérisés par des valeurs très fortes de perméabilité à l'oxygène, au dioxyde de carbone et à l'éthylène. Par exemple, les perméabilités à l'oxygène et au dioxyde de carbone du bois torréfié sont plus de 1700 fois et 20 fois plus forte qu'un film à base de méthylcellulose. Par rapport aux données de la littérature, les perméabilités aux gaz des échantillons de peuplier natif et torréfié sont significativement supérieures à celles déterminées pour l'ensemble des films d'emballage y compris ceux fabriqués à partir de dérivés cellulosiques.

Le traitement de torréfaction réduit de manière significative (plus de 50 %) les propriétés barrières aux gaz (tableau 8). Les résultats expérimentaux montrent également une forte variation de la perméabilité aux gaz des échantillons de bois en fonction de leur localisation dans l'arbre (tableau 9). Les échantillons issus du cœur de l'arbre sont généralement moins perméable aux gaz que les échantillons issus de la périphérie. Le traitement de torréfaction paraît plus efficace pour les échantillon proche de la périphérie de l'arbre. Des campagnes de mesures supplémentaires devront être menés afin de corrélérer plus précisément les effets du traitement de torréfaction avec le positionnement des échantillons dans l'arbre.

Tableau 8 : Perméabilité à l'oxygène, au dioxyde de carbone et à l'éthylène (en 10^{-18} mol.m.m⁻².s⁻¹.Pa⁻¹) du bois de peuplier robusta. Comparaison avec des films d'emballages classiques et biodégradables à différentes humidités relatives (Mujica Paz, 1998).

Film	Perméabilité (10^{-18} mol.m.m ⁻² .s ⁻¹ .Pa ⁻¹)			T (°C)	HR (%)
	A l'oxygène	Au dioxyde de carbone	A l'éthylène		
Polyéthylène basse densité	1 003	4 220	3 513	23	0

CONCLUSION

Polyéthylène haute densité	285	972	-	23	0
Cellophane	1.34	-	-	23	0
Méthylcellulose	522	29 900	-	30	0
Gluten de blé	1.24	7.4	1	23	0
Amidon	1085	-		25	100
Bois natif	1 834 100	1 935 100	22 500	25	0
Bois torréfié	799 700	873 400	10 900	25	0

Tableau 9 : Perméabilité et sélectivité à l'oxygène, au dioxyde de carbone et à l'éthylène (en 10^{-18} mol.m.m⁻².s⁻¹.Pa⁻¹) des échantillon de peuplier natifs (N) et torréfiés (T) en fonction de leur localisation dans la grume. R représente le pourcentage de réduction de la perméabilité.

	Aubier			Aubier/coeur			coeur		
	N	T	R %	N	T	R %	N	T	R %
PO₂	3010000	1770000	41	2080000	58400	97	628000	567000	10
PCO₂	3360000	1600000	52	1710000	936000	47	435000	97800	77
PC₂H₄	40400	13200	67	23000	12700	45	4130	6840	-
S(CO₂/O₂)	0.9	0.9		0.8	16		0.7	0.2	

Les valeurs des coefficients de sélectivité aux gaz montrent que le bois est peu sélectif. Plusieurs auteurs ont mis en évidence le rôle prépondérant de l'humidité relative sur la perméabilité et la sélectivité des films biodégradables. La température aurait un effet significatif sur la sélectivité pour des humidités relatives élevées. Dans notre étude, nous n'avons pas fait varier l'humidité relative (gaz sec) et la température (25°C) mais le caractère hydrophile du bois pourrait laisser envisager un comportement proche de celui observer dans les films d'emballages. Le tableau 10 donne les coefficients de sélectivité au CO₂/O₂ pour le bois de peuplier et pour différents films d'emballages biodégradables (Cuq, 1996).

Tableau 10 : Coefficient de sélectivité (dioxyde de carbone / oxygène) du bois de peuplier. Comparatif avec des films d'emballages biodégradables. Où HR est l'humidité relative et T la température ; d'après Bakker ⁽¹⁾, 1986 ; Park et Chinnan ⁽²⁾, 1990 ; Gontard et al. ⁽³⁾, 1996.

Film	Coefficient de sélectivité (CO ₂ /O ₂)	T (°C)	HR (%)
------	--	-----------	--------

CONCLUSION

Polyéthylène basse densité ⁽¹⁾	4.2	23	0
Polyéthylène haute densité ⁽¹⁾	3.4	23	0
Pectine ⁽³⁾	16.0	25	96
Méthylcellulose ⁽²⁾	31.6	25	0
Gluten de blé ⁽³⁾	6.0	25	0
Gluten de blé ⁽³⁾	28.4	25	95
Bois natif	0.95	25	0
Bois torréfié	1.24	25	0

2.3 – Propriété barrière à l'air

La figure 15 donne les valeurs moyennes de la perméabilité spécifique à l'air K (en 10^{-16} m^2) du bois de peuplier natif et torréfié en fonction de la localisation du prélèvement (cœur ou aubier) dans l'arbre.

Comme la perméabilité aux gaz, la perméabilité à l'air est fortement influencée par la position des échantillons dans l'arbre. Ward (1986) avait déjà constaté lors de travaux sur le séchage du bois que le bois de cœur était initialement beaucoup moins perméable que le bois issu de l'aubier. La torréfaction semble moins efficace sur les échantillons prélevés dans le cœur. Le traitement thermique aurait même tendance à augmenter la perméabilité des échantillons de bois torréfié lorsqu'on se rapproche du cœur de l'arbre (figure 15). Ce comportement a été également observé pour la perméabilité à l'éthylène (tableau 9). L'interprétation de ces résultats doit être relativisée car les variations au sein d'un même individu sont très grandes comme l'illustre le tableau 11 (moyennes et écarts types pour chaque série d'échantillons).

Tableau 11 : Perméabilité (en 10^{-16} m^2) spécifique à l'air (K) du bois de peuplier natif et torréfié prélevé dans le cœur, aubier/cœur et aubier. L'écart type est donné entre parenthèses.

Localisation	Bois natif	Bois torréfié
Aubier	4,03 (1.21)	3,26 (1.28)
Aubier/coeur	2,74 (0.84)	2,73 (0.94)
coeur	0,70 (0.43)	1,00 (0.44)

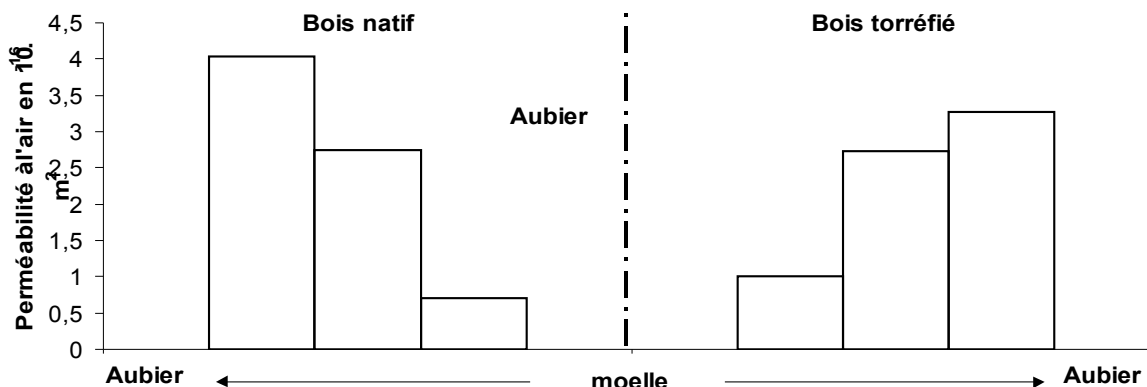
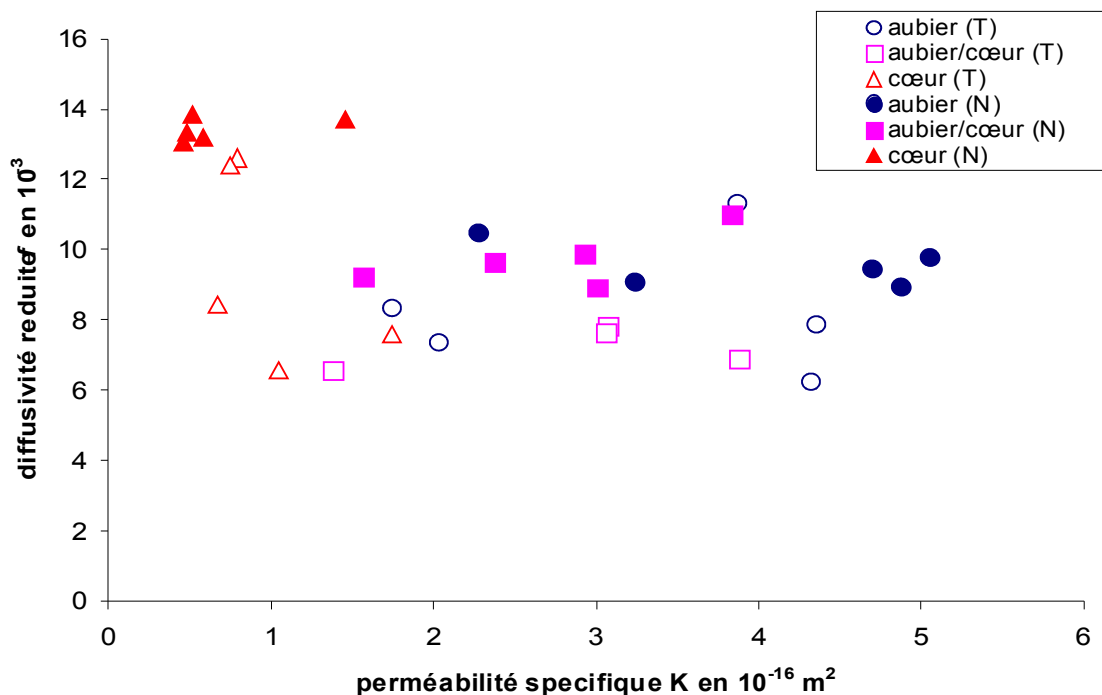


Figure 15 : Influence de la torréfaction et de la localisation des prélèvements des échantillons sur la perméabilité spécifique à l'air K (10^{-16} m^2). Le filigrane représente la coupe transversale du peuplier d'où sont extraits les échantillons.

La figure 16 rend compte des interactions entre la diffusion à la vapeur d'eau et la perméabilité spécifique à l'air du bois de peuplier natif et torréfié. Les échantillons issus du bois de cœur offrent moins de variabilité que ceux issus de l'aubier, les valeurs étant relativement groupées. Les variations selon le rayon de l'arbre affectent surtout la perméabilité. Ce seul paramètre permet de différencier les zones de prélèvement dans l'arbre.. Lorsque la perméabilité augmente pour les échantillons issus de l'aubier, la diffusion à la vapeur d'eau varie peu. Le traitement thermique diminue globalement les deux propriétés (diffusion à la vapeur d'eau et perméabilité à l'air). Résultat, la valeur qui représente un échantillon se déplace vers l'origine du graphe après traitement.

Figure 16 : Relation « perméabilité spécifique à l'air et diffusion réduite à la vapeur d'eau » du bois de peuplier natif (N) et du peuplier torréfié (T)



Notre étude a montré que l'application d'un traitement thermique (torréfaction) sur le bois de peuplier pouvait avoir des conséquences sur ses propriétés fonctionnelles. Les propriétés barrières à la vapeur d'eau et aux gaz sont globalement diminuées de 25 % pour le bois torréfié par rapport au bois natif. La principale modification réside dans la diminution de l'hygroscopie du bois torréfié se stabilisant aux environs de 6 % d'humidité dans des conditions de température et d'humidité relative respectivement de 20°C et 75% alors qu'un bois non traité se stabilise dans les mêmes conditions aux environs de 16% d'humidité.

Le bois de peuplier natif et torréfié est très perméable à la vapeur d'eau. Les perméabilités à la vapeur d'eau sont respectivement pour le bois natif et le bois torréfié $83.6 \cdot 10^{-12} \text{ mol.m.m}^{-2}.\text{s}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$ et $69.5 \cdot 10^{-12} \text{ mol.m.m}^{-2}.\text{s}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$. Ces propriétés peuvent être particulièrement intéressantes pour la protection de produits dont la stabilité et/ou l'aptitude à la transformation nécessitent le maintien d'un certain niveau d'échange hydrique avec une atmosphère (fruits et légumes) évitant ainsi l'anoxie des tissus cellulaires.

De la même manière, les échantillons de bois de peuplier natifs et torréfiés sont caractérisés par des valeurs très fortes de perméabilité à l'oxygène, au dioxyde de carbone et à l'éthylène à 0% d'humidité. Les perméabilités aux gaz des échantillons de peuplier natif et torréfié sont significativement supérieures à celles déterminées pour l'ensemble des films d'emballage y compris ceux fabriqués à partir de dérivés cellulosiques. Par exemple, les perméabilités à l'oxygène et au dioxyde de carbone du bois torréfié sont plus de 1700 fois et 20 fois plus forte qu'un film à base de méthylcellulose. On peut cependant noter que le traitement de torréfaction réduit de manière significative (plus de 50 %) la perméabilité aux gaz du bois de peuplier. Le rapport des perméabilités entre le dioxyde de carbone et l'oxygène (coefficient de sélectivité) montre que le bois de peuplier natif et torréfié est très peu sélectif aux gaz. On pourra noter un coefficient de sélectivité de 16 pour les échantillons de bois torréfiés prélevés à proximité de la moelle.

L'utilisation du peuplier en tant qu'emballage alimentaire constitue une solution séduisante, susceptible de contribuer à la fois à une meilleure valorisation de cette ressource et à limiter l'utilisation des matériaux de synthèse. Le bois de peuplier torréfié aurait tendance à se comporter comme un matériau micro poreux et sera plutôt préconisé pour des conservations de courte durée des fruits et légumes.

Cependant, la possibilité d'améliorer de manière significative les propriétés barrières à l'eau et aux gaz pourrait être envisagée en associant d'autres matériaux (vernis, cire, composés hydrophobes,...) au bois pour former un emballage bicouche. Des développements et des études annexes pourront être menés dans ce sens pour adapter ces nouveaux produits aux contraintes d'utilisation et de mise en œuvre industrielles.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- AVAT, F., 1989 Nature et rôle des extractibles dans la réтификаction du bois. *Mémoire de DEA*, Université Paris VII, Paris, France
- AVAT, F., 1993 Contribution à l'étude des traitement thermiques du bois (200 –300 °C) : Transformations chimiques et caractérisations physico-chimiques. *Thèse*, Ecole des mines de Paris et de Saint Etienne, Paris, France
- BIMBENET, J. & LONCIN, M., 1995 Les bases du génie des procédés alimentaires. Ed. Masson, Paris, 304 p
- BIZET-SANCHEZ, C., 1997 Etudes des interactions hydriques entre aliment et matériau d'emballage. *Thèse*, Institut National Polytechnique de Lorraine, Ecole Nationale d'Agronomie et des Industries Alimentaires. Nancy, France
- CHOONG, E.T., 1965 Diffusion coefficients of softwoods by steady-state and theoritical methods. *Forest Products Journal*, **15** 21 – 27
- COMSTOCK, G.L. & COTE, W.A., 1968 Factors affecting permeability and pit aspiration in coniferous sapwood. *Wood Science and Technology*, **2** 279 – 291
- COMSTOCK, G.L., 1963 Moisture diffusion coefficients in wood calculated from adsorption, desorption and steady-state data. *Forest Products Journal*, **13** 97 – 103
- CUQ, B. 1996 Mise en forme et caractérisation de biomatériaux à base de protéines myofibrillaires ; *Thèse*, Université Montpellier II, Montpellier, France
- DENT, R. W., 1977 Amultilayer theory for gas sorption. Part I : sorption of a single gas. *Textile Research Journal*, 145 - 152
- HAMOU, J., 1999 Caractérisation du comportement en sorption du peuplier. *Mémoire*, Université Montpellier II, Montpellier, France
- IRISSIN-MANGATA, J. 1998 Recherche de nouveaux matériaux d'emballage à hautes performances à base de gluten de blé et de polymères synthétiques ; *Thèse*, Université Montpellier II, Montpellier, France
- JOWITT, R. & WAGSTAFFE, P. J., 1989 The certification of the water content of microcrystalline cellulose (M.C.C.) at 10 water activities, C.R.M. 302. B.C.R. information EUR 12429 EN. Bruxelles, Belgique, C.E.E., 54p
- KARIMI, A. & PERRE, P. 1997 Un dispositif de mesure du débit et de la progression du liquide dans la direction longitudinale du bois. Les cahiers scientifiques du bois, pp.193-202 (Ed. A.R.BO.LOR.). Nancy,
- KELLER, R., 1991 Structure, composition, formation du bois. Cours d'anatomie du bois. Ecole Nationale du Génie rural, des eaux et des forêts, Nancy, 40p

KOLMANN, F.P. & COTE, W.A., 1968 Principles of wood science and technology. Springer Verlag, New-York

MOUSAVI, SM. 1998. Migration de molécules volatiles dans un système aliment-emballage bois : Modélisation des transferts et mesure des coefficients de diffusion ; *Thèse*, Institut national polytechnique de Lorraine, Nancy, France

MUJICA PAZ, H. 1998 Emballage sous atmosphère modifiée : Etude des transferts de gaz au travers d'un film hydrophile et application à la conservation de la mangue ; *Thèse*, Institut national polytechnique de Toulouse, Toulouse, France

MULTON, JL. & BUREAU, G., 1989. L'emballage des denrées alimentaires de grande consommation. *Technique & Documentation*. Lavoisier.

OSER, N., 1996 Caractérisation du comportement en sorption d'essences tropicales de bois d'œuvre. *Mémoire d'ingénieur*, Université de technologie de Compiègne, Compiègne, France

PERRE, P. & DEGIOVANNI, A., 1990 Simulation par volumes finis des transferts couplés en milieu poreux anisotropes : séchage du bois à basse et à haute température. *Heat Mass Transfert*, Vol. 33, **11** 2463 – 2478

PERRE, P. 1987 Le séchage convectif de bois de résineux : Choix, validation et utilisation d'un modèle ; *Thèse*, Université Paris VII, Paris, France

ROUSSET, P., 1996 Modification des constituants chimiques du bois sous l'action de la chaleur et conséquences sur ses propriétés. *Mémoire bibliographique*, Conservatoire National des Arts et Métiers, Montpellier, France

ROUSSET, P., 1998 Optimisation des paramètres de process pour l'amélioration de la durabilité des bois par traitement thermique. *Mémoire d'ingénieur*, Conservatoire National des Arts et Métiers, Montpellier, France

SCOTT, W.E. 1989 Properties of paper : an introduction. TAPPI Press, Atlanta

SIAU J.F., 1984 Transport processes in wood. Springer-Verlage Berlin, Heidelberg, New York, Tokyo, Germany

SKAAR, C., 1958 Moisture movement in Beech below the fiber saturation point. *Forest Products Journal* **4** (12) 403 – 410

STAMM, A.J., 1959 Bound – water diffusion into wood in the fiber direction. *Forest Products Journal* **9** 27 – 32

STAMM, A.J., 1959 Wood and cellulose science. Ronald Press, New-York

SILVY, J. PANNIER, C. & VEYRE, J., 1994 La structure du support : son influence sur les caractéristiques des matériaux composites. Physique du papier à l'usage des papetier, des imprimeurs et des transformateurs de papiers, cartons. *Formation continue*, Ecole Française de Papeterie, Doc. N°8, Grenoble, France

THEMELIN, A., 1998 Comportement en sorption de produits ligno-cellulosiques. *Bois et Forêt des tropiques*, **256** 55 – 67, ED. CIRAD-Forêt, Montpellier

WHITAKER, S., 1977 Simultaneous heat, mass and momentum transfer in porous media : a theory of drying. *Advances in Heat Transfer*, **13** 119 – 203. Academic Press, New-York

ZOHOUN, S & PERRE, P. 1997 Mesure en régime permanent de la diffusivité massique du bois dans le domaine hygroscopique : présentation du système « PCV-CHA ». Les cahiers scientifiques du bois, pp.171-181 (Ed. A.R.BO.LOR.). Nancy, France

ZOHOUN, S. 1998 Détermination de la diffusivité massique dans le domaine hygroscopique du bois : Comparaison des mesures en régimes permanent et transitoire. *Thèse*, Institut national polytechnique de Lorraine, Nancy, France